

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-102627

(43)Date of publication of application : 09.04.2002

(51)Int.Cl.

B01D 39/20

(21)Application number : 2000-294392

(71)Applicant : IBIDEN CO LTD

(22)Date of filing : 27.09.2000

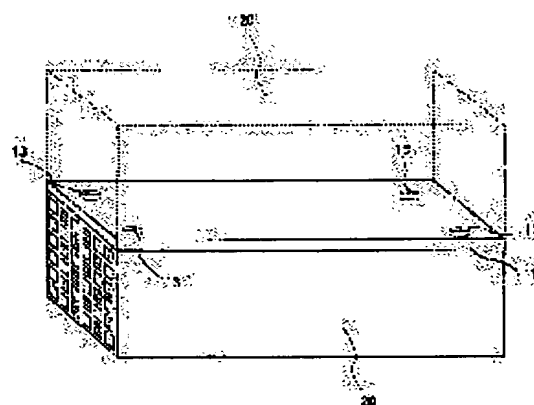
(72)Inventor : YAMAMURA NORIHIKO

(54) CERAMIC STRUCTURE AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a ceramic structure excellent in heat conductivity and strength because the thickness of an adhesive layer for bundling a plurality of porous ceramic members is uniform.

SOLUTION: The ceramic structure is formed by bundling a plurality of square pillar-shaped porous ceramic members, wherein a large number of through-holes are parallelly arranged longitudinally through partition walls, through an adhesive layer and constituted so that the partition walls separating the through-holes function as particle collection filters. An interval holding material is held between the porous ceramic members.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The ceramic structure which is the ceramic structure constituted so that the septum by which two or more porosity ceramic members of the prism configuration by which many breakthroughs separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side band together through a glue line, and separate said breakthrough might function as a filter for particle uptake, and is characterized by pinching spacing material between said porosity ceramic members.

[Claim 2] Spacing material is the ceramic structure according to claim 1 currently pinched in the location near the four corners of the side face of a porosity ceramic member.

[Claim 3] The manufacture approach of the ceramic structure characterized by repeating the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members, and including the process which finishes setting up a hollow clay building block after being the manufacture approach of the ceramic structure according to claim 1 or 2, forming a glue line in the side face of a porosity ceramic member, laying spacing material and fixing on said glue line.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the ceramic structure used as a filter from which the particulate in the exhaust gas discharged by the internal combustion engine etc. is removed, and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] It poses a problem that the particulate contained in the exhaust gas discharged by internal combustion engines, such as cars, such as a bus and a truck, and a construction equipment, does damage to an environment or the body recently. By passing a porosity ceramic for this exhaust gas, the ceramic filter which carries out uptake of the particulate in exhaust gas, and purifies exhaust gas is proposed variously.

[0003] As for the porosity ceramic member which constitutes these ceramic filters, many breakthroughs are usually installed in an one direction side by side, and the septum which separates breakthroughs functions as a filter. That is, after the exhaust gas with which, as for the breakthrough formed in the porosity ceramic member, either the entry side of exhaust gas or the edge of an outlet side flowed into ***** and the breakthrough of 1 with the filler passes the septum which surely separates a breakthrough, in case it flows out of other breakthroughs and exhaust gas passes this septum, a particulate is caught in a septum part and exhaust gas is purified.

[0004] In case the ceramic structure which functions as such a ceramic filter conventionally is manufactured, after mixing dispersion-medium liquid etc. with ceramic powder and a binder and preparing the mixed constituent for ceramic Plastic solid production first, a ceramic Plastic solid is produced by performing extrusion molding of this mixed constituent etc.

[0005] Next, after drying the acquired ceramic Plastic solid, a porosity ceramic member is manufactured through the baking process which performs baking of the cleaning process and ceramic to which the pyrolysis of the binder in a ceramic Plastic solid etc. is carried out.

[0006] And two or more union of these porosity ceramic members was carried out through the glue line, the hollow clay building block was formed, this hollow clay building block was cut in the predetermined configuration, and the ceramic structure was manufactured by preparing a seal object in that periphery part.

[0007] Moreover, as shown in drawing 7, it sets at the process which forms a hollow clay building block. So that it can accumulate, after the porosity ceramic member has inclined aslant After laying the porosity ceramic member 20 in the condition of having inclined, on the base 60 where the cross section was constituted by the V character configuration, Paste-like adhesives were applied to two side faces 20a and 20b suitable for an upside by uniform thickness, the glue line 61 was formed in them, and the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members 20 one by one on this glue line 61 was repeated.

[0008] However, dispersion might arise in the thickness of the glue line 61 of the ceramic structure which the glue line 61 formed caudad will be crushed by the weight of other porosity ceramic members 20 by which the laminating was carried out to the upper part, and completed as the laminating of the above-mentioned porosity ceramic member 20 was carried out, it finished setting up and it went by the above-mentioned approach, when the hollow clay building block was formed.

[0009] Thus, if thickness dispersion exists in the glue line of the ceramic structure, in a part with the thin thickness, the thermal conductivity between the porosity ceramic members which are pinching this part will become high, and, on the other hand, the thermal conductivity between the porosity ceramic members which are pinching this part will become low by the part with the thick thickness. Therefore, when heating and cooling

were repeated by the manufactured ceramic structure, it might originate in the ununiformity of the temperature in the ceramic structure, thermal stress might occur in the ceramic structure, and the crack might arise. Moreover, the adhesive strength is weak, a difference arises in the adhesive strength between porosity ceramic members, and the ceramic structure tended to damage the part with a thin glue line.

[0010] Furthermore, when the above-mentioned porosity ceramic member is manufactured, curvature may occur in a porosity ceramic member slightly. After the glue line 52 was crushed even if that amount of curvatures was few when the laminating of the porosity ceramic member 51 comrades with curvature was carried out through the glue line 52 after the center had swollen as shown in drawing 4 (a), that ends part contacted and the chip and the crack had arisen into this part.

[0011] Moreover, as shown in drawing 4 (b), when the laminating of the porosity ceramic member 51 comrades with curvature is carried out in the direction which the ends part leaves, even if the amount of curvatures is few, a glue line 52 will be crushed and the porosity ceramic member 51 will incline to either. When such an inclination arose, it will be easy to produce a clearance in a glue line 52, and the thickness of a glue line will differ greatly, the big difference arose in the thermal conductivity between the porosity ceramic members 51, and the chip and the crack had arisen in the ceramic structure. In addition, although drawing 4 expresses the amount of curvatures quite greatly in order to show the curvature of a porosity ceramic member clearly, it is in practice smaller.

[0012]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention was made in order to solve these problems, and since the thickness of the glue line which bands two or more porosity ceramic members together is uniform, internal thermal conductivity is uniform and it aims at offering the ceramic structure which breakage etc. cannot generate easily, and its manufacture approach.

[0013]

[Means for Solving the Problem] The ceramic structure of this invention is the ceramic structure constituted so that the septum by which two or more porosity ceramic members of the prism configuration by which many breakthroughs separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side band together through a glue line, and separate the above-mentioned breakthrough might function as a filter for particle uptake, and is characterized by pinching spacing material between the above-mentioned porosity ceramic members.

[0014] Moreover, the manufacture approach of the ceramic structure of this invention is the manufacture approach of the ceramic structure of above-mentioned this invention, and after it forms a glue line in the side face of a porosity ceramic member, lays spacing material and is fixed on the above-mentioned glue line, it is characterized by repeating the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members, and including the process which finishes setting up a hollow clay building block.

[0015]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the ceramic structure and its manufacture approach of this invention are explained based on a drawing.

[0016] Introduction and the ceramic structure of this invention are explained. The ceramic structure of this invention is the ceramic structure constituted so that the septum by which two or more porosity ceramic members of the prism configuration by which many breakthroughs separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side band together through a glue line, and separate the above-mentioned breakthrough might function as a filter for particle uptake, and is characterized by pinching spacing material between the above-mentioned porosity ceramic members.

[0017] Drawing 1 is the perspective view having shown typically 1 operation gestalt of the ceramic structure of this invention, drawing 2 (a) is the perspective view having shown typically the porosity ceramic member which constitutes the ceramic structure of this invention, and (b) is the A-A line sectional view. Moreover, drawing 3 is the perspective view having shown typically signs that a glue line and spacing material were formed in the side face of the porosity ceramic member which constitutes the ceramic structure of this invention.

[0018] As shown in drawing 2, many breakthroughs 21 are formed in the porosity ceramic member 20 which constitutes the ceramic structure, and, as for the end section of the porosity ceramic member 20 which has these breakthroughs 21, the checker is filled up with the filler 22. Moreover, in other edges which are not illustrated, the breakthrough 21 with which the filler is not filled up into the end section is filled up with the filler.

[0019] Drawing 1 shows the ceramic structure 10 which banded two or more porosity ceramic members 20 shown in drawing 2. Moreover, in drawing 1, the breakthrough 21 formed in the porosity ceramic member 20 is omitted.

[0020] In the ceramic structure 10, two or more porosity ceramic members 20 have banded together through the glue line 11, two or more spacing material 13 as shown in drawing 3 is formed into this glue line 11, and it is pinched by the porosity ceramic member 20. Moreover, coating of the sealant 12 is carried out to the whole periphery section of the porosity ceramic member 20 which banded together through this glue line 11 and the spacing material 13, and the ceramic structure 10 is formed. Although especially the configuration of the above-mentioned ceramic structure is not limited but the shape of a cylindrical shape and a prism configuration are also available, as shown in drawing 1, the cylindrical shape-like thing is usually used well.

[0021] Since only any 1 edge is filled up with the filler 22 as the breakthrough 21 of a large number which constitute this ceramic structure 10 was shown in drawing 2 (b), the exhaust gas which flowed from the end section of the breakthrough 21 of 1 which is carrying out opening surely passes the septum 23 of the porosity which separates between the adjoining breakthroughs 21, and flows out through other breakthroughs 21. And in case exhaust gas passes a septum 23, the particulate in exhaust gas will be caught by the septum 23.

[0022] Although the spacing material 13 is not formed in order to make spacing of the porosity ceramic member 20 regularity, it is not limited especially as the construction material, for example, can mention the thing of arbitration, such as paper, mineral matter, a ceramic, organic fiber, and resin, what is not decomposed and removed by heating at the time of using the ceramic structure 10 is desirable. It is for preventing that a glue line 11 is corroded by the gas which occurs in case it is decomposed and removed. However, even if decomposed and removed by heating, it can be used if corrosive gas does not occur.

[0023] as [showed / in drawing 3 / especially when it was the configuration which can hold the porosity ceramic member 20 as a configuration of the spacing material 13, were not limited, but] -- it may be cylindrical and you may be a prismatic form. As an example of the spacing material 13, it can do [mentioning a board, a graphite, silicon carbide, etc. or], for example.

[0024] Moreover, as the size, when the spacing material 13 is cylindrical, it is desirable [thickness] that it is 0.8-1.2mm, for example. If a glue line 11 passes in thin **** that thickness is less than 0.8mm and curvature is in the porosity ceramic member 20, predetermined spacing cannot be secured and a chip etc. may occur. On the other hand, if it exceeds 1.2mm, a glue line 11 will become thick too much, and the thermal conductivity between the porosity ceramic members 20 will fall.

[0025] As for the diameter of the spacing material 13, it is desirable that it is 3.0-10.0mm. It is inferior to handling nature in a diameter being less than 3.0mm, and the porosity ceramic member 20 may be unable to be held. On the other hand, when it exceeded 10.0mm, and the bond strength of a glue line 11 falls and the big spacing material 13 of a diameter in this way is decomposed and removed, it is large, and a clearance is generated in a glue line 11, or the remains of an omission lead to lowering of bond strength etc.

[0026] Although especially the construction material of the porosity ceramic member 20 which constitutes the ceramic structure 10 is not limited but various ceramics are mentioned, in these, thermal resistance is large, it excels in a mechanical property and large silicon carbide of thermal conductivity is desirable.

[0027] Moreover, as for these porosity ceramic members 20, what has the open pore whose average pore diameter is 1-40 micrometers is desirable, and its thing which it was calcinated [thing], having used [thing] as the raw material what combined the powder 100 weight section which has the mean particle diameter of about 0.3-50 micrometers, and the powder 5 - 65 weight sections which have the mean particle diameter of about 0.1-1.0 micrometers, and made it sinter is [such a porosity ceramic member 20 of structure] desirable. Moreover, although especially the ingredient that constitutes a sealant 12 is not limited, either, the thing containing heat-resistant ingredients, such as an inorganic fiber and an inorganic binder, is desirable. The sealant 12 may be constituted by the same ingredient as the glue line 11 mentioned later.

[0028] Especially the ingredient that constitutes a glue line 11 can mention what is not limited, for example, consists of an inorganic binder, an organic binder, an inorganic fiber, and an inorganic particle.

[0029] As the above-mentioned inorganic binder, a silica sol, alumina sol, etc. are mentioned, for example. These may be used independently and may use two or more sorts together. In these, a silica sol is desirable.

[0030] As the above-mentioned organic binder, a hydrophilic organic macromolecule is desirable and especially polysaccharide is desirable, for example. Specifically, polyvinyl alcohol, methyl cellulose, ethyl cellulose, a

carboxymethyl cellulose, etc. are mentioned. In these, a carboxymethyl cellulose is desirable. It is because the fluidity at the time of setting up of the porosity ceramic member 20 is secured and the outstanding adhesive property in an ordinary temperature field is shown.

[0031] As the above-mentioned inorganic fiber, silica-alumina ceramic fiber, a mullite fiber, an alumina fiber, a silica fiber, etc. can be mentioned, for example. Such an inorganic fiber can raise the bond strength of a glue line 11 by becoming entangled with an inorganic binder, an organic binder, etc.

[0032] As the above-mentioned inorganic particle, the inorganic particle of carbide and/or a nitride is desirable, for example, silicon carbide, silicon nitride, boron nitride, etc. are mentioned, for example. These carbide and nitrides have dramatically large thermal conductivity, and it contributes them to improvement in the thermal conductivity of a glue line 11 greatly.

[0033] Moreover, although little moisture, a little solvent, etc. may be included besides the inorganic binder, the organic binder, the inorganic fiber, and the inorganic particle in the glue line 11, such moisture, a solvent, etc. usually almost disperse with heating after applying a glue line paste etc.

[0034] Since spacing material is pinched between the porosity ceramic members from which the ceramic structure of this invention constitutes this ceramic structure as above-mentioned, the thickness of the glue line formed between the above-mentioned porosity ceramic members will become uniform. Therefore, even if it does not generate but heating and cooling are repeated by the ceramic structure, thermal stress occurs and a crack does not produce the nonuniformity of the thermal conductivity which originates in thickness dispersion of a glue line at the ceramic structure of this invention. Moreover, since the adhesive strength of a glue line will become uniform, it becomes what was excellent also in the reinforcement of the ceramic structure.

[0035] Furthermore, since the above-mentioned spacing material will hold spacing of a porosity ceramic member uniformly if the curvature is fixed within the limits even if it is the case where the porosity ceramic member which constitutes the ceramic structure has curvature slightly, neither a chip nor dispersion of thermal conductivity arises in the ceramic structure.

[0036] Next, the manufacture approach of the ceramic structure of this invention is explained. The manufacture approach of the ceramic structure of this invention is the manufacture approach of the ceramic structure of above-mentioned this invention, and after it forms a glue line in the side face of a porosity ceramic member, lays spacing material and is fixed on the above-mentioned glue line, it is characterized by repeating the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members, and including the process which finishes setting up a hollow clay building block.

[0037] In this invention, a ceramic Plastic solid is produced first. After mixing ceramic powder, a binder, and dispersion-medium liquid and preparing the mixed constituent for Plastic solid production in this process, by performing extrusion molding of this mixed constituent The ceramic column-like Plastic solid with which many breakthroughs separated the septum and were installed in the longitudinal direction side by side is produced, by drying this Plastic solid after this, dispersion-medium liquid is evaporated and the ceramic Plastic solid containing ceramic powder and resin is produced. In addition, little dispersion-medium liquid may be contained in this ceramic Plastic solid.

[0038] The configuration of the appearance of this ceramic Plastic solid is isomorphism-like mostly with the porosity ceramic member 20 shown in drawing 2 $R > 2$, and also may have the shape of the shape of an elliptic cylinder, or the triangle pole etc. In addition, at this process, the part equivalent to a filler 22 serves as a cavity.

[0039] Although various ceramics are mentioned as the ceramic structure of this invention mentioned above explained as the above-mentioned ceramic powder, in these, thermal resistance is large, it excels in a mechanical property and large silicon carbide of thermal conductivity is desirable.

[0040] It is not limited especially as the above-mentioned binder, for example, methyl cellulose, a carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, a polyethylene glycol, phenol resin, an epoxy resin, etc. can be mentioned. The loadings of the above-mentioned binder usually have desirable 1 - 10 weight section extent to the above-mentioned silicon carbide powder 100 weight section.

[0041] It is not limited especially as the above-mentioned dispersion-medium liquid, for example, alcohol [, such as an organic solvent; methanol,], such as benzene, water, etc. can be mentioned. Optimum dose combination of the above-mentioned dispersion-medium liquid is carried out so that the viscosity of the above-mentioned resin may become fixed within the limits.

[0042] Next, the process which obturates the above-mentioned breakthrough of the produced ceramic Plastic

solid in the shape of an obturation pattern with a restoration paste as an obturation process is performed. In this case, some breakthroughs are obturated with a restoration paste by contacting the breakthrough of a ceramic Plastic solid in the mask with which puncturing was formed in the shape of an obturation pattern, and making a restoration paste invade into it from puncturing of the above-mentioned mask at the above-mentioned breakthrough.

[0043] Or it will not be the mixed constituent and this appearance which were used as the above-mentioned restoration paste on the occasion of manufacture of a ceramic Plastic solid, what added the dispersion medium further to the above-mentioned mixed constituent is desirable.

[0044] Next, the process which pyrolyzes the resin in the ceramic Plastic solid produced by the above-mentioned process as a cleaning process is performed. At this cleaning process, after laying the above-mentioned ceramic Plastic solid on the fixture for cleaning, it carries in to a cleaning furnace and usually heats at 400-650 degrees C under an oxygen content ambient atmosphere. Thereby, while resinous principles, such as a binder, vaporize, it decomposes and disappears and only ceramic powder remains mostly.

[0045] Next, the process which lays the degreased ceramic Plastic solid on the fixture for baking, and calcinates it as a baking process is performed. At this baking process, the porosity ceramic member of the shape of a column by which the breakthrough of a large number as shown in drawing 2 separated the septum, and was installed in the longitudinal direction side by side is manufactured by heating the ceramic Plastic solid degreased at 2000-2200 degrees C under inert gas ambient atmospheres, such as nitrogen and an argon, and making ceramic powder sinter.

[0046] In addition, at a series of processes of resulting [from a cleaning process] in a baking process, the above-mentioned ceramic Plastic solid is carried on the fixture for baking, and it is desirable to perform a cleaning process and a baking process as it is. It is because it can prevent that can perform a cleaning process and a baking process efficiently, and carry, and a ceramic Plastic solid gets damaged in a substitute etc.

[0047] Thus, many breakthroughs separate a septum and it is installed in a longitudinal direction side by side, and after manufacturing the porosity ceramic member constituted so that the above-mentioned septum might function as a filter, the union process of this porosity ceramic member is performed.

[0048] In the union process of this porosity ceramic member, as shown in drawing 7, a cross section prints the paste of the adhesives which explained the porosity ceramic member 20 upside laid on the base 60 constituted by the V character configuration to two side faces 20a and 20b turned to in the ceramic structure of this invention using the brush, a squeegee, a roll, etc., and forms the glue line 61 of predetermined thickness.

[0049] Next, on this glue line 61, spacing material is laid and it fixes. In addition, since the ingredient, the size, and the location laid and fixed of spacing material were explained in the ceramic structure of this invention, it omits the explanation here.

[0050] Thus, after laying spacing material and fixing on this glue line 61, the laminating of other porosity ceramic members 20 is carried out on this spacing material. At this time, by carrying out the laminating of the porosity ceramic member besides the above, the above-mentioned spacing material will be buried into a glue line, and will be pinched by the up-and-down porosity ceramic member. And after forming a glue line in the side face of such a porosity ceramic member, it carries out by repeating the process which carries out the laminating of other porosity ceramic members, and the prismatic form hollow clay building block of predetermined magnitude is produced.

[0051] Then, this hollow clay building block is heated on 50-100 degrees C and the conditions of 1 hour, the above-mentioned glue line is dried and stiffened, it cuts using after that, for example, a diamond cutter etc., almost like the ceramic structure 10 which showed that periphery section to drawing 1, the paste of a sealant mentioned above in that periphery section is printed using the brush or a mask, and the sealant of predetermined thickness is formed. And manufacture of the ceramic structure of this invention is ended by drying this sealant.

[0052] By carrying out each process explained above, there is no dispersion in the thickness of a glue line, thermal conductivity is uniform and the ceramic structure which is hard to damage can be manufactured. Moreover, since the above-mentioned spacing material can hold spacing between porosity ceramic members uniformly even if curvature is in the porosity ceramic member which carries out a laminating slightly, it is hard to generate a chip, breakage, etc. and the ceramic structure with internal uniform thermal conductivity can be manufactured.

[0053]

[Example] Although an example is hung up over below and this invention is explained to it in more detail, this invention is not limited only to these examples.

[0054] The mixed constituent of a raw material was prepared by blending the alpha mold silicon carbide powder 70 weight section with example 1 mean particle diameter of 10 micrometers, the beta mold silicon carbide powder 30 weight section with a mean particle diameter of 0.7 micrometers, the methyl cellulose 5 weight section, the dispersant 4 weight section, and the water 20 weight section, and mixing to homogeneity. The extruding press machine was filled up with this mixed constituent, and the silicon carbide Plastic solid of a honeycomb configuration was produced in a part for extrusion rate/of 2cm. This silicon carbide Plastic solid is the same as that of the porosity ceramic member 20 shown in drawing 2 almost, that magnitude is 33mmx33mmx300mm, and, for an average pore diameter, the number of 1-40 micrometers and breakthroughs is 31-/cm². The thickness of a septum was 0.35mm.

[0055] The porosity silicon carbide member was manufactured by drying this silicon carbide Plastic solid using the dryer by microwave or hot blast, considering as a silicon carbide Plastic solid desiccation object, degreasing at 450 degrees C, after using the above-mentioned mixed constituent and the bulking agent paste of this component for this desiccation object and filling it up with a bulking agent in the predetermined part of the breakthrough of a silicon carbide sintered compact, and carrying out heating baking at 2200 degrees C further.

[0056] Next, 23.3 % of the weight (shot content of 3%, fiber length of 0.1-100mm) of silica-alumina ceramic fiber and 39 % of the weight of water were mixed and kneaded as an inorganic binder as 0.5 % of the weight of carboxymethyl celluloses, and an inorganic fiber as 7 % of the weight (the content of SiO₂ in a sol: 30 % of the weight) of silica sols, and an organic binder, and the paste for glue lines was prepared.

[0057] Next, the above-mentioned paste for glue lines was applied to the side face of a porosity silicon carbide member which manufactured, and the glue line was formed. And the spacing material with a diameter [of 5mm] and a thickness of 1mm made of a board was laid and fixed on this glue line a total [of near / four corners / four / every one piece of the above-mentioned side face]. Specifically, the minimum distance of the periphery part of spacing material and two sides which the corner of the above-mentioned side face forms was both 6.5mm.

[0058] And after having repeated the process from formation of a glue line to the laminating of a porosity silicon carbide member after carrying out the laminating of other porosity silicon carbide members on this glue line and spacing material, and finishing setting up four length and the porosity silicon carbide member of four width, it was made to dry and harden in 100 degrees C and 1 hour, and the hollow clay building block was produced.

[0059] This produced hollow clay building block was cut with a diameter of 143mm in the shape of a cylinder using the diamond cutter, the layer of a sealant which becomes that periphery section from the same presentation as the above-mentioned glue line was formed, and the ceramic structure which consists of porosity silicon carbide was manufactured by drying the above-mentioned sealant.

[0060] The ceramic structure which spacing material was not used when finishing setting up an example of comparison 1 porosity silicon carbide member, and also consists of porosity silicon carbide like an example 1 was manufactured.

[0061] the description of the ceramic structure which consists of porosity silicon carbide manufactured in the example 1 and the example 1 of a comparison -- assessment was performed by the approach shown below.

[0062] the assessment approach **** and description -- the ceramic structure manufactured in the example 1 and the example 1 of a comparison was divided as a member for assessment, and the part (combination) which two porosity silicon carbide members have combined through a glue line was started from each part equivalent to the upper part, the center, the left-hand side, the right-hand side, and the lower part at the time of manufacturing this ceramic structure. Moreover, the thickness of the glue line of each of such combination is measured, and the value is shown in the following table 1.

[0063] (1) As shown in measurement drawing 5 of bond strength, two triangle pole-like members have been arranged on a base, then the above-mentioned combination was laid so that the porosity silicon carbide member of ends might appear on the above-mentioned triangle pole-like member, the load was applied to the main glue line part, and the load when peeling arises in a glue line was measured. The result is shown in the following table 2.

[0064] (2) It is the upside temperature T1 by installing the periphery on an enclosure and a heater 31 with a heat

insulator 30, and heating for 50 minutes at 600 degrees C, after laying the above-mentioned combination so that two porosity silicon carbide members may be accumulated as shown in measurement drawing 6 of thermal conductivity. Lower temperature T2 The temperature gradient was measured. The result is shown in the following table 3.

[0065] (3) After performing heating and the thermo-cycle trial (100 times) which repeats cooling to room temperature -900 degree C to the ceramic structure manufactured in the measurement example 1 and the example 1 of a comparison of endurance, the above-mentioned ceramic structure was cut and the existence of a crack was checked. The result is shown in the following table 4.

[0066]

[A table 1]

	接着層の厚さ (mm)				
	上部	中央	左側	右側	下部
実施例 1	1. 0	1. 2	0. 6	0. 7	1. 0
比較例 1	1. 6	0. 7	0. 3	1. 5	0. 3

[0067]

[A table 2]

	接着強度 (MP a)				
	上部	中央	左側	右側	下部
実施例 1	0. 9	0. 7	1. 0	0. 9	0. 9
比較例 1	0. 5	0. 9	1. 1	0. 5	1. 2

[0068]

[A table 3]

	T ₁ -T ₂ 温度差 (°C)				
	上部	中央	左側	右側	下部
実施例 1	1 1 0	1 2 0	1 0 5	1 0 0	1 0 5
比較例 1	1 3 0	1 2 0	7 0	8 0	7 0

[0069]

[A table 4]

	ヒートサイクル後 クラックの有無
実施例 1	無
比較例 1	有

[0070] Although the typical bond strength of the glue line of each above-mentioned combination concerning an example 1 was 0.7-1.0MPa and the temperature gradient of the upper bed and soffit was 100-120 degrees C so that clearly from the result shown in a table 2 and a table 3 The typical bond strength of the glue line of each above-mentioned combination concerning the example 1 of a comparison was 0.5-1.2MPa, the temperature gradient was 70-130 degrees C, and the direction of dispersion as a result of each above-mentioned combination which all require for the example 1 of a comparison was large.

[0071] Moreover, although the thickness of the glue line of each above-mentioned combination concerning an example 1 is 0.6-1.2mm and the crack was not observed after the thermo-cycle trial so that clearly from the result shown in a table 1 and a table 4 The thickness of the glue line of the combination of the part equivalent to 0.3-1.6mm and the lower part of the ceramic structure is the thinnest, and the crack had generated the thickness of the glue line of each above-mentioned combination concerning the example 1 of a comparison in part after the thermo-cycle trial.

[0072]

[Effect of the Invention] As mentioned above, since the thickness of the glue line which constitutes this ceramic structure is uniform, the ceramic structure of this invention becomes the thing excellent in thermal conductivity and reinforcement, as explained.

[0073] Moreover, since the manufacture approach of the ceramic structure of this invention is as having mentioned above, it has a uniform glue line and can manufacture the ceramic structure excellent in thermal conductivity and reinforcement.

[Translation done.]

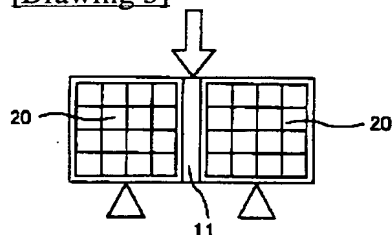
* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

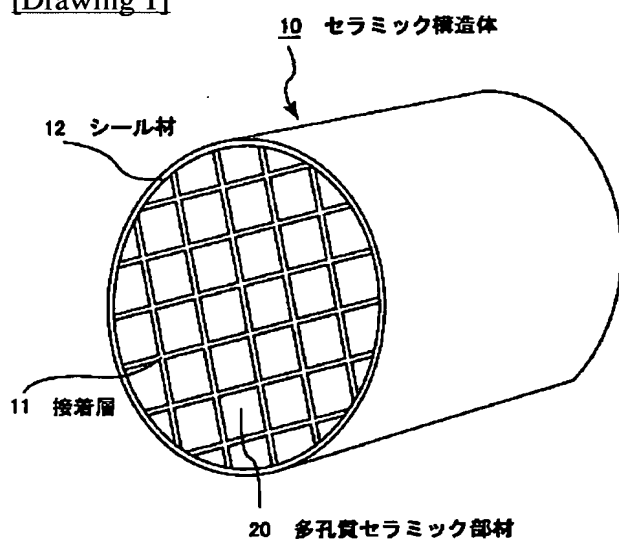
- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

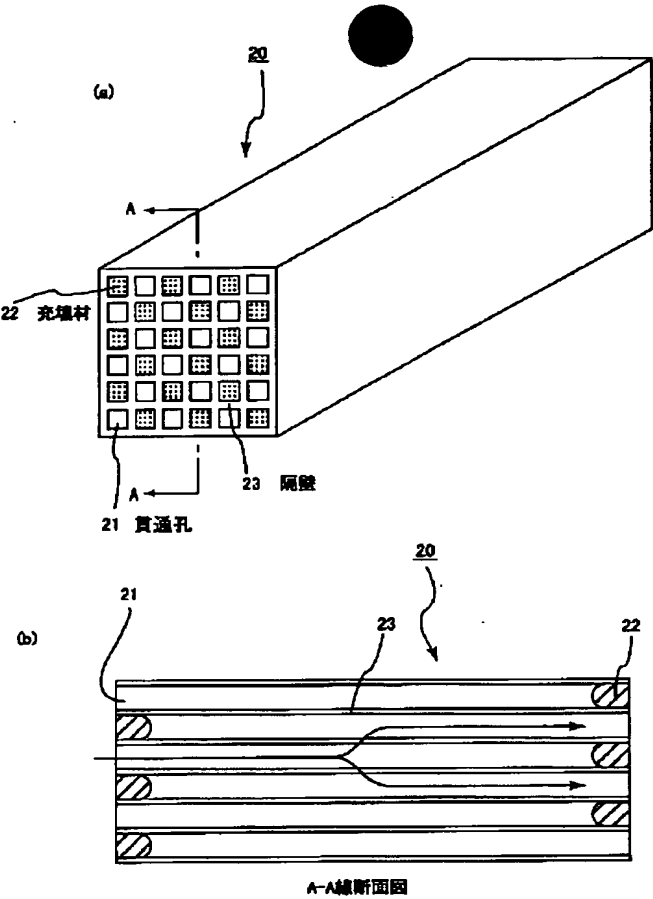
[Drawing 5]



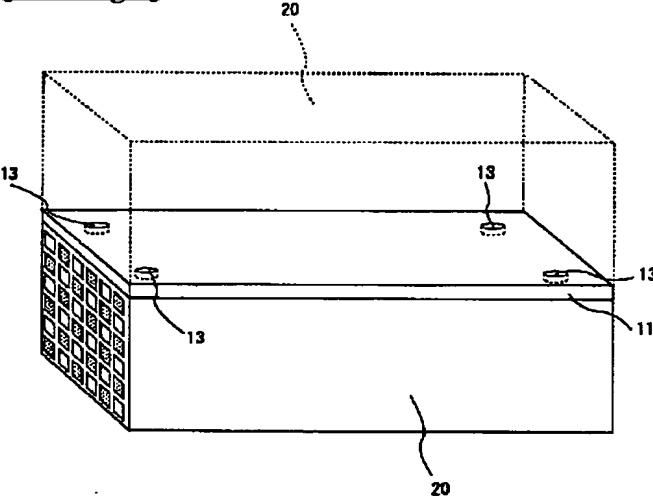
[Drawing 1]



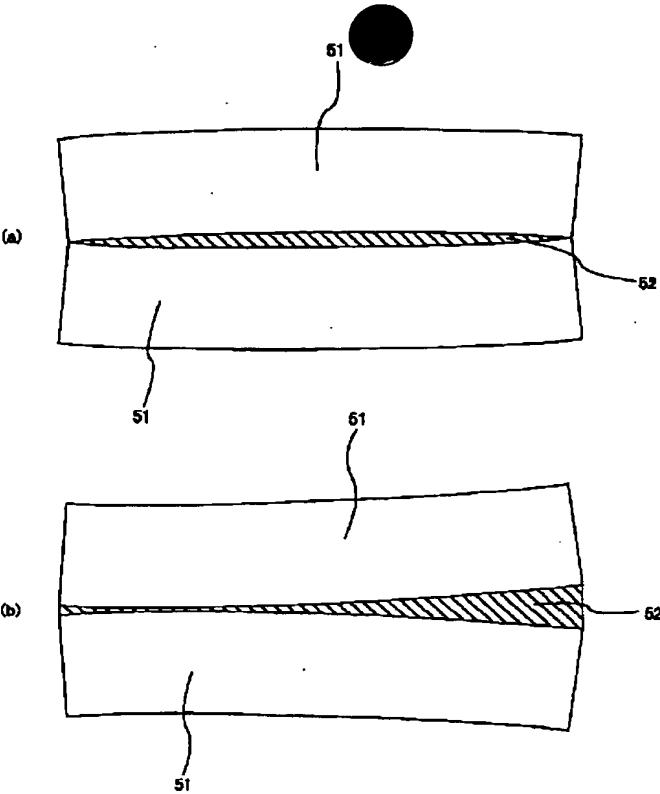
[Drawing 2]



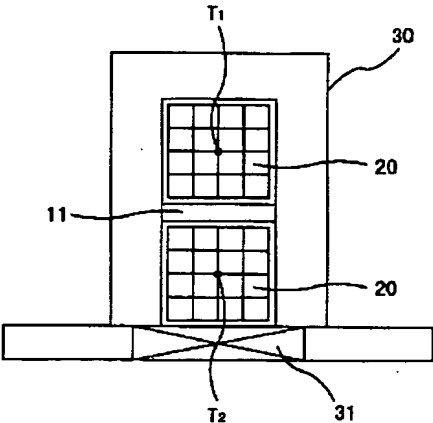
[Drawing 3]



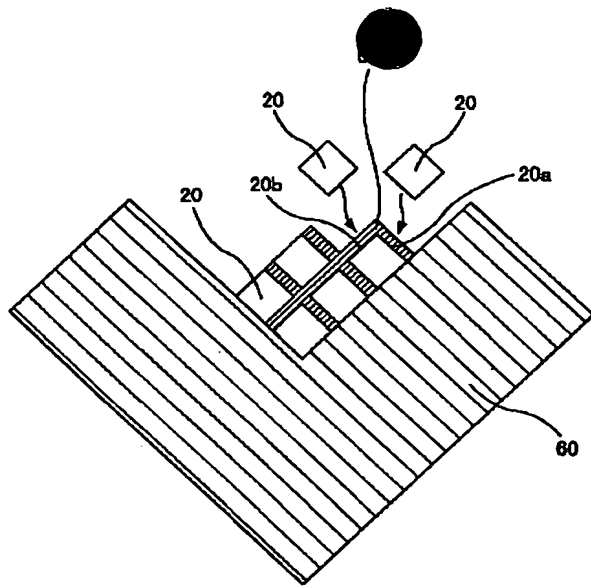
[Drawing 4]



[Drawing 6]



[Drawing 7]



[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-102627
(P2002-102627A)

(43) 公開日 平成14年4月9日(2002.4.9)

(51) Int.Cl.⁷

B 0 1 D 39/20

識別記号

F I

B 0 1 D 39/20

テ-マコ-ト^{*}(参考)

D 4 D 0 1 9

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2000-294392(P2000-294392)

(22) 出願日 平成12年9月27日(2000.9.27)

(71) 出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(72) 発明者 山村 範彦

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビ
デン株式会社大垣北工場内

(74) 代理人 100086586

弁理士 安富 康男 (外2名)

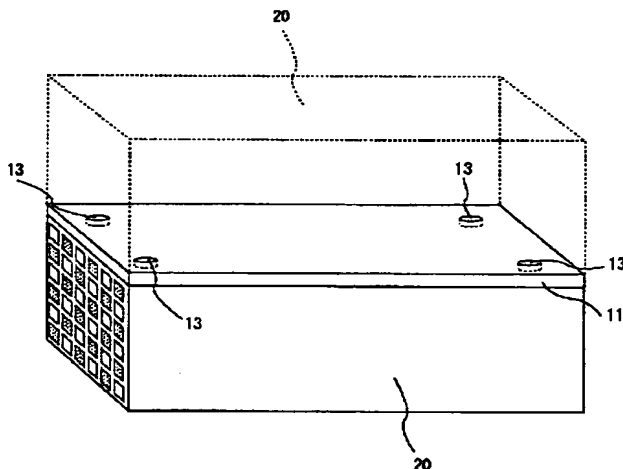
Fターム(参考) 4D019 AA01 BA05 BB06 BC12 CA01
CB04 CB06

(54) 【発明の名称】 セラミック構造体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 複数の多孔質セラミック部材を結束する接着層の厚さが均一であるため、熱伝導率及び強度に優れるセラミック構造体を提供する。

【解決手段】 多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接着層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体であって、上記多孔質セラミック部材間に、間隔保持材が挟持されていることを特徴とするセラミック構造体。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接着層を介して複数個結束され、前記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体であって、前記多孔質セラミック部材間に、間隔保持材が挟持されていることを特徴とするセラミック構造体。

【請求項 2】 間隔保持材は、多孔質セラミック部材の側面の四隅に近い場所において挟持されている請求項 1 記載のセラミック構造体。

【請求項 3】 請求項 1 又は 2 記載のセラミック構造体の製造方法であって、多孔質セラミック部材の側面に接着層を形成し、前記接着層の上に、間隔保持材を載置、固定した後、他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミックブロックを組み上げる工程を含むことを特徴とするセラミック構造体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、内燃機関から排出される排気ガス中のパティキュレート等を除去するフィルタとして用いられるセラミック構造体及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 バス、トラック等の車両や建設機械等の内燃機関から排出される排気ガス中に含有されるパティキュレートが環境や人体に害を及ぼすことが最近問題となっている。この排気ガスを多孔質セラミックを通過させることにより、排気ガス中のパティキュレートを捕集して排気ガスを浄化するセラミックフィルタが種々提案されている。

【0003】 これらのセラミックフィルタを構成する多孔質セラミック部材は、通常、一方向に多数の貫通孔が並設され、貫通孔同士を隔てる隔壁がフィルタとして機能するようになっている。すなわち、多孔質セラミック部材に形成された貫通孔は、排気ガスの入り口側又は出口側の端部のいずれかが充填材により目封じされ、一の貫通孔に流入した排気ガスは、必ず貫通孔を隔てる隔壁を通過した後、他の貫通孔から流出するようになっており、排気ガスがこの隔壁を通過する際、パティキュレートが隔壁部分で捕捉され、排気ガスが浄化される。

【0004】 従来、このようなセラミックフィルタとして機能するセラミック構造体を製造する際には、まず、セラミック粉末とバインダーと分散媒液等とを混合してセラミック成形体作製の混合組成物を調製した後、この混合組成物の押出成形等を行うことにより、セラミック成形体を作製する。

【0005】 次に、得られたセラミック成形体を乾燥させた後、セラミック成形体中のバインダー等を熱分解させる脱脂工程及びセラミックの焼成を行う焼成工程を経

て、多孔質セラミック部材を製造する。

【0006】 そして、これらの多孔質セラミック部材を接着層を介して複数結束させてセラミックブロックを形成し、このセラミックブロックを所定の形状に切削し、その外周部分にシール体を設けることでセラミック構造体を製造していた。

【0007】 また、図 7 に示したように、セラミックブロックを形成する工程においては、多孔質セラミック部材が斜めに傾斜した状態で積み上げることができるように、断面が V 字形状に構成された台 60 の上に、多孔質セラミック部材 20 を傾斜した状態で載置した後、上側に向いた 2 つの側面 20a、20b に、ペースト状の接着剤を均一な厚さで塗布して接着層 61 を形成し、この接着層 61 の上に、順次他の多孔質セラミック部材 20 を積層する工程を繰り返していた。

【0008】 しかしながら、上記方法により、セラミックブロックを形成すると、上記多孔質セラミック部材 20 を積層し、組み上げて行くに従って、下方に形成した接着層 61 が、その上方に積層された他の多孔質セラミック部材 20 の重さに押し潰されてしまい、完成したセラミック構造体の接着層 61 の厚さにばらつきが生じてしまうことがあった。

【0009】 このように、セラミック構造体の接着層に厚さばらつきが存在すると、その厚さが薄い部分では、該部分を挟持している多孔質セラミック部材間の熱伝導率が高くなり、一方、その厚さが厚い部分では、該部分を挟持している多孔質セラミック部材間の熱伝導率が低くなる。そのため、製造したセラミック構造体に加熱、冷却が繰り返されると、セラミック構造体内の温度の不均一に起因してセラミック構造体内に熱応力が発生し、クラックが生じてしまうことがあった。また、接着層が薄い部分は、その接着力が弱く、多孔質セラミック部材間の接着力に差が生じ、セラミック構造体が破損しやすかった。

【0010】 さらに、上記多孔質セラミック部材を製造した際、僅かながら多孔質セラミック部材に反りが発生する場合がある。図 4 (a) に示したように、反りのある多孔質セラミック部材 51 同士が、中央が膨らんだような状態で接着層 52 を介して積層されている場合、その反り量が僅かなものであっても、接着層 52 が押し潰されてしまうと、その両端部分が接触してしまい、この部分に欠けやクラックが生じていた。

【0011】 また、図 4 (b) に示したように、反りのある多孔質セラミック部材 51 同士が、その両端部分が離れるような方向に積層されている場合、その反り量が僅かなものであっても、接着層 52 が押し潰され、多孔質セラミック部材 51 がどちらか一方に傾いてしまう。このような傾きが生ずると、接着層 52 に隙間が生じやすく、また、接着層の厚さが大きく異なることとなり、多孔質セラミック部材 51 間の熱伝導率に大きな差が生

じ、セラミック構造体に欠けやクラックが生じていた。なお、図4は、多孔質セラミック部材の反りを明確に示すため、その反り量をかなり大きく表しているが、実際は、もっと小さなものである。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、これらの問題を解決するためになされたもので、複数の多孔質セラミック部材を結束する接着層の厚さが均一であるため、内部の熱伝導率が均一で、破損等が発生しにくいセラミック構造体およびその製造方法を提供することを目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明のセラミック構造体は、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接着層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体であって、上記多孔質セラミック部材間に、間隔保持材が挟持されていることを特徴とする。

【0014】また、本発明のセラミック構造体の製造方法は、上記本発明のセラミック構造体の製造方法であって、多孔質セラミック部材の側面に接着層を形成し、上記接着層の上に、間隔保持材を載置、固定した後、他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミックブロックを組み上げる工程を含むことを特徴とする。

【0015】

【発明の実施の形態】以下、本発明のセラミック構造体及びその製造方法について、図面に基づいて説明する。

【0016】初めに、本発明のセラミック構造体について説明する。本発明のセラミック構造体は、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接着層を介して複数個結束され、上記貫通孔を隔てる隔壁が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されたセラミック構造体であって、上記多孔質セラミック部材間に、間隔保持材が挟持されていることを特徴とするものである。

【0017】図1は、本発明のセラミック構造体の一実施形態を模式的に示した斜視図であり、図2(a)は、本発明のセラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材を模式的に示した斜視図であり、(b)は、そのA-A線断面図である。また、図3は、本発明のセラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材の側面に、接着層及び間隔保持材を形成した様子を模式的に示した斜視図である。

【0018】図2に示したように、セラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材20には、多数の貫通孔21が形成されており、これら貫通孔21を有する多孔質セラミック部材20の一端部は、市松模様に充填材22が充填されている。また、図示しない他の端部にお

ては、一端部に充填材が充填されていない貫通孔21に充填材が充填されている。

【0019】図1は、図2に示した多孔質セラミック部材20を複数個結束させたセラミック構造体10を示している。また、図1においては、多孔質セラミック部材20に形成された貫通孔21を省略している。

【0020】セラミック構造体10では、多孔質セラミック部材20が接着層11を介して複数個結束されており、この接着層11中には、図3に示したような、複数の間隔保持材13が設けられており、多孔質セラミック部材20に挟持されている。また、この接着層11及び間隔保持材13を介して複数個結束された多孔質セラミック部材20の外周部の全体に、シール材12がコーティングされてセラミック構造体10が形成されている。上記セラミック構造体の形状は特に限定されず、円柱形状でも角柱形状でも構わないが、通常、図1に示したように円柱形状のものがよく用いられている。

【0021】このセラミック構造体10を構成する多数の貫通孔21は、図2(b)に示したように、いずれか一端部のみに充填材22が充填されているため、開口している一の貫通孔21の一端部より流入した排気ガスは、隣接する貫通孔21との間を隔てる多孔質の隔壁23を必ず通過し、他の貫通孔21を通して流出する。そして、排気ガスが隔壁23を通過する際に、排気ガス中のパーティキュレートが隔壁23に捕捉されることになる。

【0022】間隔保持材13は、多孔質セラミック部材20の間隔を一定にするために設けられているものであり、その材質としては特に限定されず、例えば、紙、無機物質、セラミック、有機繊維、樹脂等任意のものを挙げることができるが、セラミック構造体10を使用した際の加熱により分解、除去されないものが好ましい。分解、除去される際に発生するガスにより、接着層11が腐食されることを防止するためである。ただし、加熱により、分解、除去されたとしても、腐食性のガスが発生しないものであれば使用することができる。

【0023】間隔保持材13の形状としては、多孔質セラミック部材20を保持することができる形状であれば特に限定されず、図3に示したような円柱状であってもよく、角柱状であってもよい。間隔保持材13の具体例としては、例えば、ボール紙、黒鉛、炭化珪素等を挙げることかできる。

【0024】また、そのサイズとしては、例えば、間隔保持材13が円柱状である場合、厚さは0.8~1.2mmであることが好ましい。厚さが0.8mm未満であると、接着層11が薄くなりすぎ、多孔質セラミック部材20に反りがあると、所定の間隔を確保することができず、また、欠け等が発生する場合がある。一方、1.2mmを超えると、接着層11が厚くなりすぎ、多孔質セラミック部材20間の熱伝導率が低下してしま

う。

【0025】間隔保持材13の直径は3.0~10.0 mmであることが好ましい。直径が3.0 mm未満であると、取り扱い性に劣り、また、多孔質セラミック部材20を保持しきれない場合がある。一方、10.0 mmを超えると、接着層11の接着強度が低下してしまい、また、このように大きな直径の間隔保持材13が、分解、除去された場合、抜け跡が大きく、接着層11に隙間が生じたり、接着強度等の低下につながる。

【0026】セラミック構造体10を構成する多孔質セラミック部材20の材質は特に限定されず、種々のセラミックが挙げられるが、これらのなかでは、耐熱性が大きく、機械的特性に優れ、かつ、熱伝導率も大きい炭化珪素が好ましい。

【0027】また、これらの多孔質セラミック部材20は、平均気孔径が1~40 μ mの開放気孔を有するものが好ましく、このような構造の多孔質セラミック部材20は、例えば、0.3~50 μ m程度の平均粒径を有する粉末100重量部と0.1~1.0 μ m程度の平均粒径を有する粉末5~65重量部とを組み合わせたものを原料として、焼成し、焼結させたものが好ましい。また、シール材12を構成する材料も特に限定されるものではないが、無機繊維、無機バインダー等の耐熱性の材料を含むものが好ましい。シール材12は、後述する接着層11と同じ材料により構成されていてもよい。

【0028】接着層11を構成する材料は特に限定されず、例えば、無機バインダー、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子からなるものを挙げることができる。

【0029】上記無機バインダーとしては、例えば、シリカゾル、アルミナゾル等が挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これらのなかでは、シリカゾルが好ましい。

【0030】上記有機バインダーとしては、例えば、親水性有機高分子が望ましく、特に多糖類が望ましい。具体的には、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等が挙げられる。これらのなかでは、カルボキシメチルセルロースが好ましい。多孔質セラミック部材20の組み上げ時の流動性を確保し、常温領域での優れた接着性を示すからである。

【0031】上記無機繊維としては、例えば、シリカアルミナセラミックファイバー、ムライトファイバー、アルミナファイバー及びシリカファイバー等を挙げることができる。このような無機繊維は、無機バインダーや有機バインダー等と絡み合うことで、接着層11の接着強度を向上させることができる。

【0032】上記無機粒子としては、例えば、炭化物及び／又は窒化物の無機粒子が望ましく、例えば、炭化珪素、窒化珪素、窒化硼素等が挙げられる。これらの炭化物や窒化物は、熱伝導率が非常に大きく、接着層11の

熱伝導率の向上に大きく寄与する。

【0033】また、接着層11中には、無機バインダー、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子のほかに、少量の水分や溶剤等を含んでいてもよいが、このような水分や溶剤等は、通常、接着層ペーストを塗布した後の加熱等により殆ど飛散する。

【0034】上述の通り、本発明のセラミック構造体は、該セラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材間に間隔保持材が挟持されているため、上記多孔質セラミック部材間に形成した接着層の厚さが均一なものとなる。従って、本発明のセラミック構造体に接着層の厚さばらつきに起因する熱伝導率の不均一は発生せず、セラミック構造体に加熱、冷却が繰り返されても、熱応力が発生してクラックが生じることがない。また、接着層の接着力が均一なものとなるので、セラミック構造体の強度も優れたものとなる。

【0035】さらに、セラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材が僅かに反りを有する場合であっても、その反りが一定の範囲内であれば、上記間隔保持材が、多孔質セラミック部材の間隔を一定に保持しているため、セラミック構造体に欠けや熱伝導率のばらつき等が生じることがない。

【0036】次に、本発明のセラミック構造体の製造方法について説明する。本発明のセラミック構造体の製造方法は、上記本発明のセラミック構造体の製造方法であって、多孔質セラミック部材の側面に接着層を形成し、上記接着層の上に、間隔保持材を載置、固定した後、他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して、セラミックブロックを組み上げる工程を含むことを特徴とする。

【0037】本発明では、初めに、セラミック成形体を作製する。この工程においては、セラミック粉末とバインダーと分散媒液とを混合して成形体作製の混合組成物を調製した後、この混合組成物の押出成形を行うことにより、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された柱状のセラミック成形体を作製し、この後、この成形体を乾燥させることにより分散媒液を蒸発させ、セラミック粉末と樹脂とを含むセラミック成形体を作製する。なお、このセラミック成形体には、少量の分散媒液が含まれていてもよい。

【0038】このセラミック成形体の外観の形状は、図2に示した多孔質セラミック部材20とほぼ同形状であるほか、楕円柱状や三角柱状であってもよい。なお、本工程では、充填材22に相当する部分は空洞となっている。

【0039】上記セラミック粉末としては、上述した本発明のセラミック構造体で説明した通り、種々のセラミックが挙げられるが、これらのなかでは、耐熱性が大きく、機械的特性に優れ、かつ、熱伝導率も大きい炭化珪素が好ましい。

【0040】上記バインダーとしては特に限定されず、例えば、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エポキシ樹脂等を挙げることができる。上記バインダーの配合量は、通常、上記炭化珪素粉末100重量部に対して、1～10重量部程度が好ましい。

【0041】上記分散媒液としては特に限定されず、例えば、ベンゼン等の有機溶媒；メタノール等のアルコール、水等を挙げることができる。上記分散媒液は、上記樹脂の粘度が一定範囲内となるように、適量配合される。

【0042】次に、封口工程として、作製されたセラミック成形体の上記貫通孔を充填ペーストにより封口パターン状に封口する工程を行う。この際には、セラミック成形体の貫通孔に、封口パターン状に開孔が形成されたマスクを当接し、充填ペーストを上記マスクの開孔から上記貫通孔に侵入させることにより、充填ペーストで一部の貫通孔を封口する。

【0043】上記充填ペーストとしては、セラミック成形体の製造の際に使用した混合組成物と同様のものか、又は、上記混合組成物にさらに分散媒を添加したものが好ましい。

【0044】次に、脱脂工程として、上記工程により作製されたセラミック成形体中の樹脂を熱分解する工程を行う。この脱脂工程では、通常、上記セラミック成形体を脱脂用治具上に載置した後、脱脂炉に搬入し、酸素含有雰囲気下、400～650℃に加熱する。これにより、バインダー等の樹脂成分が揮散するとともに、分解、消失し、ほぼセラミック粉末のみが残留する。

【0045】次に、焼成工程として、脱脂したセラミック成形体を、焼成用治具上に載置して焼成する工程を行う。この焼成工程では、窒素、アルゴン等の不活性ガス雰囲気下、2000～2200℃で脱脂したセラミック成形体を加熱し、セラミック粉末を焼結させることにより、図2に示したような、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された柱状の多孔質セラミック部材を製造する。

【0046】なお、脱脂工程から焼成工程に至る一連の工程では、焼成用治具上に上記セラミック成形体を載せ、そのまま、脱脂工程及び焼成工程を行うことが好ましい。脱脂工程及び焼成工程を効率的に行うことができ、また、載せ代え等において、セラミック成形体が傷つくのを防止することができるからである。

【0047】このようにして、多数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設され、上記隔壁がフィルタとして機能するように構成された多孔質セラミック部材を製造した後、この多孔質セラミック部材の結束工程を行う。

【0048】この多孔質セラミック部材の結束工程においては、図7に示したように、断面がV字形状に構成さ

れた台60の上に載置した多孔質セラミック部材20の上側を向いた2つの側面20a、20bに、本発明のセラミック構造体において説明した接着剤のペーストを、例えば、刷毛、スキージ、ロール等を用いて印刷して、所定の厚さの接着層61を形成する。

【0049】次に、この接着層61の上に間隔保持材を載置、固定する。なお、間隔保持材の材料、サイズ及び載置、固定する場所は、本発明のセラミック構造体において説明したので、ここではその説明を省略する。

【0050】このように、この接着層61上に間隔保持材を載置、固定した後、この間隔保持材の上に他の多孔質セラミック部材20を積層する。この時、上記他の多孔質セラミック部材を積層することにより、上記間隔保持材は、接着層の中に埋没し、上下の多孔質セラミック部材により挟持されることとなる。そして、このような多孔質セラミック部材の側面に接着層を形成してから、他の多孔質セラミック部材を積層する工程を繰り返して行い、所定の大きさの角柱状のセラミックブロックを作製する。

【0051】その後、このセラミックブロックを50～100℃、1時間の条件で加熱して上記接着層を乾燥、硬化させ、その後、例えば、ダイヤモンドカッター等を用いて、その外周部を図1に示したセラミック構造体10とほぼ同様に切削し、その外周部に上述したシール材のペーストを刷毛やマスクを用いて印刷し、所定の厚さのシール材を形成する。そして、このシール材を乾燥させることにより、本発明のセラミック構造体の製造を終了する。

【0052】以上説明した各工程を実施することで、接着層の厚さにばらつきがなく、熱伝導率が均一で、破損しにくいセラミック構造体を製造することができる。また、積層する多孔質セラミック部材に僅かに反りがあっても、上記間隔保持材が多孔質セラミック部材間の間隔を一定に保持することができるので、欠けや破損等が発生しにくく、内部の熱伝導率が均一なセラミック構造体を製造することができる。

【0053】

【実施例】以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0054】実施例1

平均粒径10 μ mの α 型炭化珪素粉末70重量部、平均粒径0.7 μ mの β 型炭化珪素粉末30重量部、メチルセルロース5重量部、分散剤4重量部、水20重量部を配合して均一に混合することにより、原料の混合組成物を調製した。この混合組成物を押出成形機に充填し、押出速度2cm/分にてハニカム形状の炭化珪素成形体を作製した。この炭化珪素成形体は、図2に示した多孔質セラミック部材20とほぼ同様であり、その大きさは33mm×33mm×300mmで、平均気孔径が1～4

0 μm 、貫通孔の数が $31/\text{cm}^2$ で、隔壁の厚さが 0.35mmであった。

【0055】この炭化珪素成形体をマイクロ波や熱風による乾燥機を用いて乾燥させ、炭化珪素成形体乾燥体とし、この乾燥体に、上記混合組成物と同成分の充填剤ペーストを用いて、炭化珪素焼結体の貫通孔の所定箇所に充填剤を充填した後、450℃で脱脂し、さらに、2200℃で加熱焼成することで多孔質炭化珪素部材を製造した。

【0056】次に、無機バインダーとしてシリカゾル（ゾル中の SiO_2 の含有量：30重量%）7重量%、有機バインダーとしてカルボキシメチルセルロース0.5重量%、無機繊維としてシリカーアルミナセラミックファイバー（ショット含有率3%、繊維長0.1~100mm）23.3重量%、及び、水39重量%を混合、混練して接着層用ペーストを調製した。

【0057】次に、製造した多孔質炭化珪素部材の側面に上記接着層用ペーストを塗布し、接着層を形成した。そして、この接着層の上に直径5mm、厚さ1mmのボール紙製の間隔保持材を、上記側面の四隅近くに1個づつ合計4個、載置、固定した。具体的には、間隔保持材の外周部分と上記側面の隅が形成する2辺との最短距離が、ともに6.5mmであった。

【0058】そして、この接着層及び間隔保持材の上に他の多孔質炭化珪素部材を積層した後、接着層の形成から多孔質炭化珪素部材の積層までの工程を繰り返して、縦4個、横4個の多孔質炭化珪素部材を組み上げた後、100℃、1時間で乾燥、硬化させ、セラミックブロックを作製した。

【0059】この作製したセラミックブロックをダイヤモンドカッターを用いて、直径143mmの円柱状に切削し、その外周部に上記接着層と同じ組成からなるシール材の層を形成し、上記シール材の乾燥を行うことで、多孔質炭化珪素からなるセラミック構造体を製造した。

【0060】比較例1

多孔質炭化珪素部材を組み上げる際に、間隔保持材を使用しなかったほかは、実施例1と同様にして多孔質炭化珪素からなるセラミック構造体を製造した。

【0061】実施例1及び比較例1で製造した多孔質炭化珪素からなるセラミック構造体の性状評価を以下に示す方法にて行った。

【0062】評価方法

まず、性状評価用部材として、実施例1及び比較例1で製造したセラミック構造体を分割し、該セラミック構造体を製造した際の上部、中央、左側、右側及び下部に相当する各部分から、接着層を介して多孔質炭化珪素部材が2つ結合している部分（結合体）を切り出した。また、これらの各結合体の接着層の厚さを測定し、その値を下記の表1に示す。

【0063】（1）接着強度の測定

図5に示すように、台の上に2個の三角柱状部材を配置し、続いて、上記結合体を、両端の多孔質炭化珪素部材が上記三角柱状部材の上に載るように載置し、中心の接着層部分に荷重をかけ、接着層に剥がれが生じた時の荷重を測定した。その結果を下記の表2に示す。

【0064】（2）熱伝導率の測定

図6に示すように、上記結合体を、2個の多孔質炭化珪素部材を積み重ねるように載置した後、その外周を断熱材30で囲い、ヒータ31の上に設置して600℃で30分間加熱することにより、上部の温度 T_1 と下部の温度 T_2 との温度差を測定した。その結果を下記の表3に示す。

【0065】（3）耐久性の測定

実施例1及び比較例1で製造したセラミック構造体に、室温~900℃まで加熱、冷却を繰り返すヒートサイクル試験（100回）を行った後、上記セラミック構造体を切断し、クラックの有無を確認した。その結果を下記の表4に示す。

【0066】

【表1】

	接着層の厚さ (mm)				
	上部	中央	左側	右側	下部
実施例1	1.0	1.2	0.6	0.7	1.0
比較例1	1.6	0.7	0.3	1.5	0.3

【0067】

【表2】

	接着強度 (MPa)				
	上部	中央	左側	右側	下部
実施例1	0.9	0.7	1.0	0.9	0.9
比較例1	0.5	0.9	1.1	0.5	1.2

【0068】

【表3】

	T ₁ -T ₂ 温度差 (℃)				
	上部	中央	左側	右側	下部
実施例 1	110	120	105	100	105
比較例 1	130	120	70	80	70

【0069】

【表 4】

	ヒートサイクル後 クラックの有無
実施例 1	無
比較例 1	有

【0070】表 2 及び表 3 に示した結果から明らかなように、実施例 1 に係る上記各結合体の接着層の代表的な接着強度は 0.7～1.0 MPa であり、その上端と下端との温度差は 100～120℃であったが、比較例 1 に係る上記各結合体の接着層の代表的な接着強度は 0.5～1.2 MPa、その温度差は 70～130℃であり、いずれも、比較例 1 に係る上記各結合体の結果の方がばらつきの大きいものであった。

【0071】また、表 1 及び表 4 に示した結果から明らかなように、実施例 1 に係る上記各結合体の接着層の厚さは、0.6～1.2 mm であり、ヒートサイクル試験後にクラックは観察されなかったが、比較例 1 に係る上記各結合体の接着層の厚さは、0.3～1.6 mm と、セラミック構造体の下部に相当する部分の結合体の接着層の厚さが最も薄くなっており、ヒートサイクル試験後に一部クラックが発生していた。

【0072】

【発明の効果】以上、説明した通り、本発明のセラミック構造体は、該セラミック構造体を構成する接着層の厚さが均一なものであるので、熱伝導率及び強度に優れたものとなる。

【0073】また、本発明のセラミック構造体の製造方法は、上述した通りであるので、均一な接着層を有し、

熱伝導率及び強度に優れたセラミック構造体を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

10 【図 1】本発明のセラミック構造体の一実施形態を模式的に示した斜視図である。

【図 2】(a) は、本発明のセラミック構造体を構成する多孔質セラミック部材を模式的に示した斜視図であり、(b) は、その A-A 線断面図である。

【図 3】本発明のセラミック構造体を構成する、多孔質セラミック部材の側面に接着層及び間隔保持材を設けた様子を示した斜視図である。

【図 4】(a) は、反りがある多孔質セラミック部材を、接着層を介して積層した様子を模式的に示した正面図であり、(b) は、他の一例を模式的に示した正面図である。

【図 5】接着強度の測定試験の説明図である。

【図 6】熱伝導率の測定試験の説明図である。

【図 7】セラミックブロックを作製する様子を示した説明図である。

【符号の説明】

10 セラミック構造体

11 接着層

12 シール材

30 13 間隔保持材

20 多孔質セラミック部材

21 貫通孔

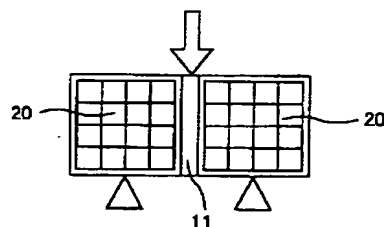
22 充填材

23 隔壁

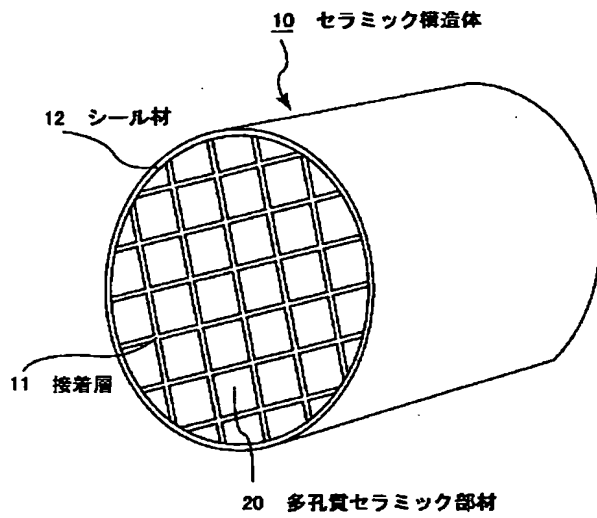
30 断熱材

31 ヒータ

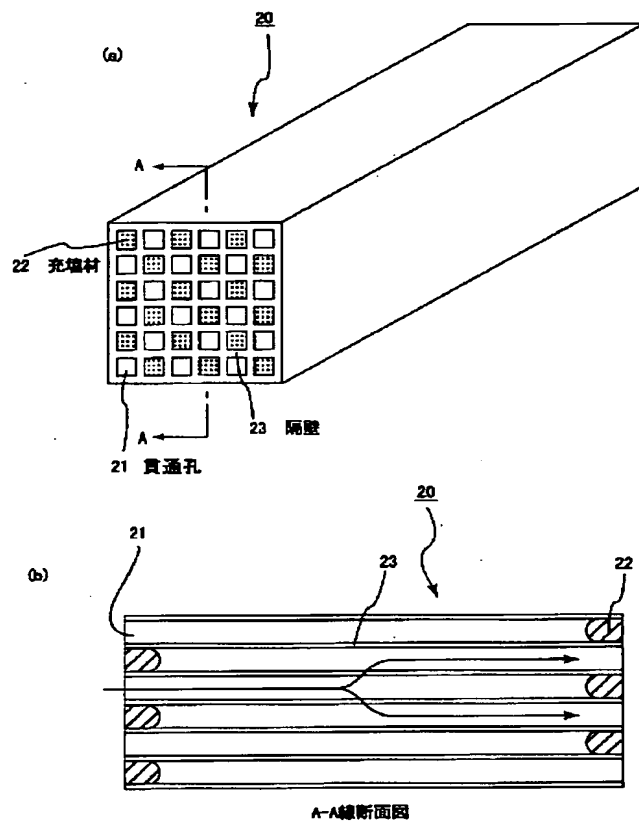
【図 5】



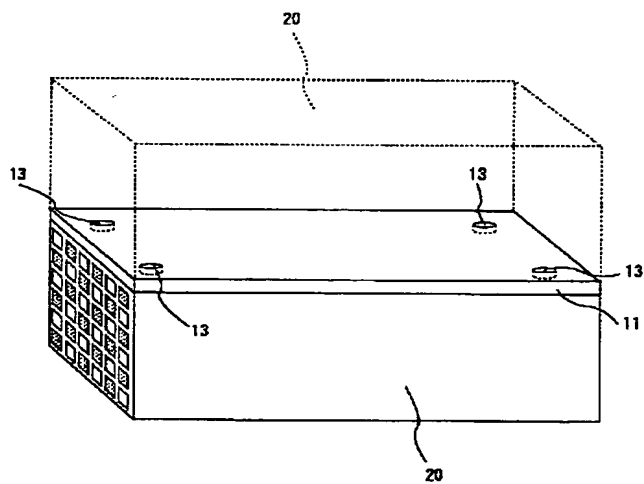
【図1】



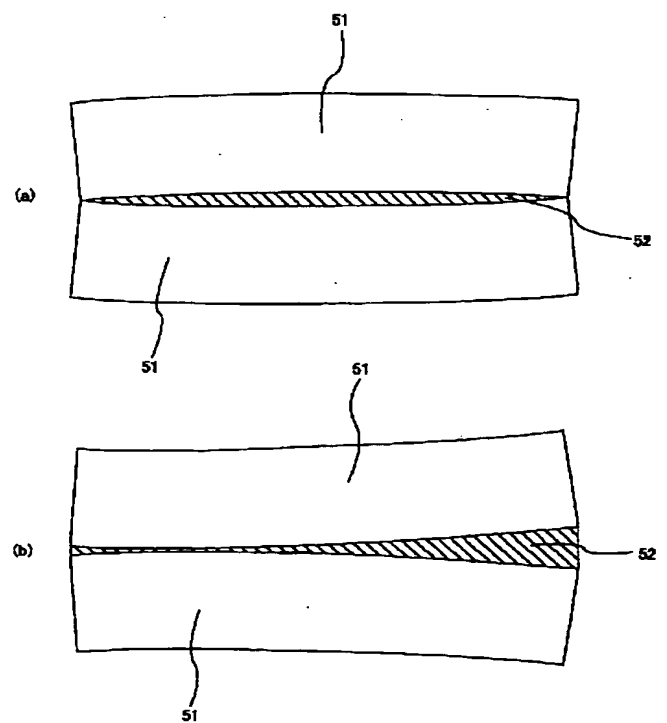
【図2】



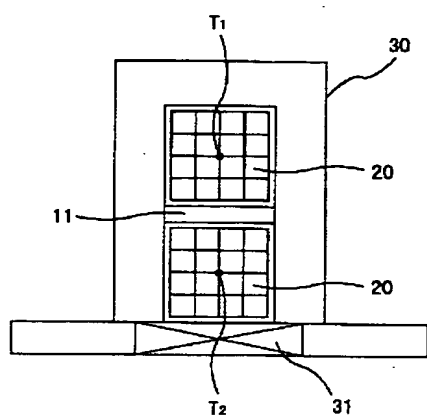
【図3】



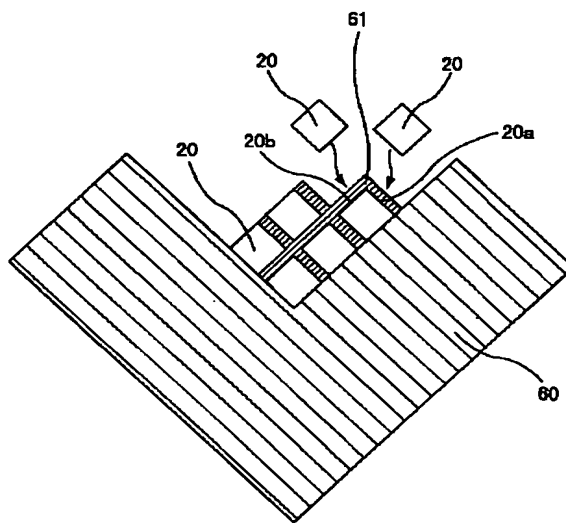
【図4】



【図 6】



【図 7】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.